



中华人民共和国国家标准

GB/T 17594—1998

纺织材料 热转变温度试验方法 差示扫描量热法

Textile material—Test method for thermotransition temperature—
Differential scanning calorimetry (DSC)

1998-11-26 发布

1999-05-01 实施

国家质量技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
纺织材料 热转变温度试验方法
差示扫描量热法
GB/T 17594—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 9 千字
1999 年 5 月第一版 1999 年 5 月第一次印刷
印数 1—800

*

书号: 155066·1-15651 定价 8.00 元

*

标 目 371—40

前 言

纺织材料的热转变温度(熔融温度、结晶温度和玻璃化转变温度)与其分子结构、加工工艺和染整工艺有着密切的关系,因此在研究、开发新产品和控制工艺、提高产品质量的过程中,纺织材料的热转变温度是一个重要的参数。

本标准参照美国试验与材料协会标准 ASTM D3418—1982(1988)《聚合物转变温度的热分析标准试验方法》和 GB/T 6425—1986《热分析术语》等标准,用差示扫描量热法测定纺织材料的热转变温度。

本标准由国家纺织工业局提出。

本标准由全国纺织品标准化技术委员会基础分会归口。

本标准起草单位:上海市纺织科学研究院。

本标准主要起草人:范瑛。

本标准为首次发布。

中华人民共和国国家标准

纺织材料 热转变温度试验方法

GB/T 17594—1998

差示扫描量热法

Textile material—Test method for thermotransition temperature—
Differential scanning calorimetry (DSC)

1 范围

本标准规定了纺织材料的热转变温度(熔融温度、结晶温度和玻璃化转变温度)的测定方法。
本标准适用于各种纺织用高分子材料。

2 定义

2.1 差示扫描量热法(DSC)

在程序温度下,测量输入到试样和参比物的功率差与温度的关系的技术。

2.2 DSC 曲线

由差示扫描量热法得到的记录曲线。曲线的纵坐标为试样与参比物的功率差。单位为 mW。横坐标为温度或时间。

2.3 参比物

在实验温度范围内热惰性的物质。

3 原理

用差示扫描量热仪在惰性气体作载气、升温或降温条件下,测得试样熔融、结晶、玻璃化转变过程的吸热峰、放热峰和基线移位的 DSC 曲线,以吸热峰温度定为试样的熔融温度 T_p (图 1);以放热峰温度定为试样的结晶温度 T_c (图 1);以基线位移半高度点所对应的温度(1/2 比热差 ΔC_p)定为试样的玻璃化转变温度 T_g (图 3)。

4 仪器与附件

4.1 差示扫描量热计

具有至少 $10^\circ\text{C}/\text{min} \pm 1^\circ\text{C}/\text{min}$ 和 $20^\circ\text{C}/\text{min} \pm 1^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温或降温速率,自动记录试样和参比物功率差所要求的精密度和准确度。

4.2 试样皿

凡是熔融温度小于 600°C 的材料使用铝或其他金属器(如不锈钢皿),大于 600°C 的材料使用铂试样皿。

4.3 载气

提供氮气或其他惰性气体,以保护试样防止氧化。

4.4 仪器温度校准

4.4.1 对于所有待测试样,采用相同的加热速率,选与试样熔融温度、结晶温度和玻璃化转变温度相近的如表 1 熔点标准物质进行校准:

表 1

物质	熔点,℃	纯度,%
铟	156.6	99.9
锡	231.9	99.9
铅	327.4	99.9
锌	419.5	99.9

4.4.2 当用铅作为标样时,每次应使用新的铅标样。

5 试样

5.1 粒状试样:称取 0.005~0.01 g 试样。

5.2 薄片或织物试样:制成与试样皿直径相近的圆片状。

5.3 纤维试样:用工具剪碎试样。

6 步骤

6.1 一级热转变温度(熔融温度、结晶温度)

6.1.1 空白试验

按 6.1.3.2 操作条件测定试样皿中无试样时的空白试验基线。

6.1.2 试样

从试样中随机称取两份质量各约 0.005 g 的试样,每份精确至 0.000 1 g,供平行试验用。

6.1.3 测定

6.1.3.1 将称量过的试样置于试样皿中,加盖用压机压紧,放入 DSC 试样支架中,将空试样皿放入参比支架中。

6.1.3.2 在氮气流量 40 mL/min 的条件下,以 10℃/min 升温速率从室温加热到高于试样熔点温度 30℃,记录一条升温曲线。

6.1.3.3 恒温 10 min。

6.1.3.4 以 10℃/min 降温速率冷却至低于试样结晶温度 50℃以下。

6.1.3.5 以 10℃/min 升温速率,重新加热试样,记录熔融过程曲线。

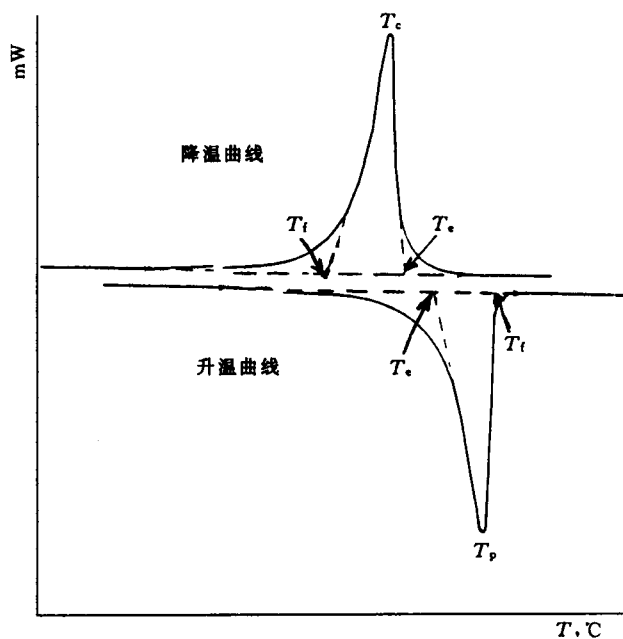
6.1.3.6 恒温 10 min。

6.1.3.7 再以 10℃/min 降温速率冷却,记录结晶过程曲线。

若测定经加工后试样的热转变温度,可按 6.1.3.5 操作条件测定。

6.1.3.8 计算曲线上所描述点的正确温度 T_c 、 T_p 、 T_m 、 T_i (见图 1)。

注:上述试验应在仪器最佳工作状态下进行。由于仪器的正常工作条件随仪器型号不同或其他因素而异,故不作具体规定。



T_c —外推起始点温度, $^{\circ}\text{C}$; T_p —熔融峰温度, $^{\circ}\text{C}$; T_c —结晶峰温度, $^{\circ}\text{C}$; T_i —外推终止温度, $^{\circ}\text{C}$

图 1 熔融和结晶过程 DSC 曲线示意图

若出现双峰, 则 T_p 以 T_{p1} 、 T_{p2} 表示, T_c 以 T_{c1} 、 T_{c2} 表示 (见图 2)。

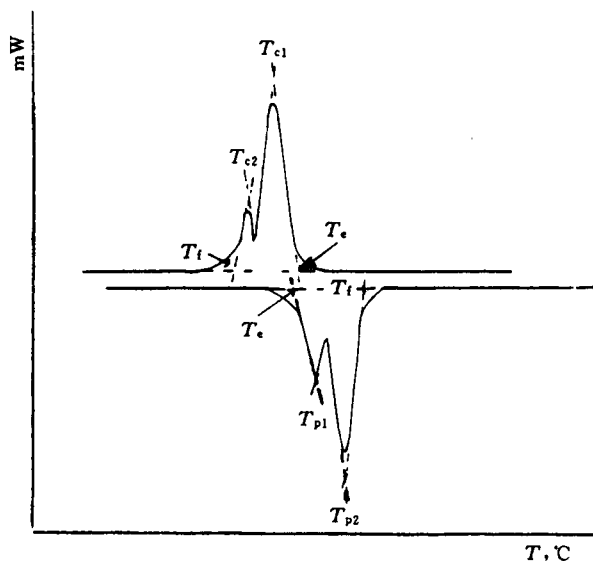


图 2 熔融和结晶过程 DSC 曲线示意图

6.2 玻璃化转变温度

6.2.1 将随机称取的质量为 10 mg 的试样, 置于试样皿中, 加盖压紧。

6.2.2 在氮气流量 40 mL/min 的气氛下, 以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温速率加热试样至预定温度, 以消除初始热历史的影响。

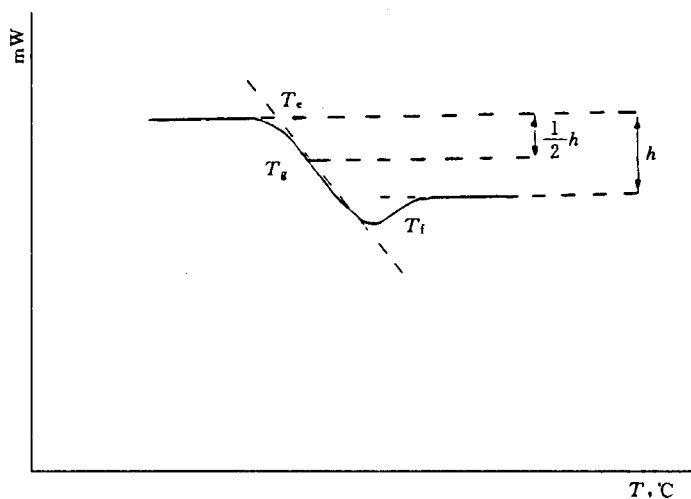
6.2.3 恒温 10 min。

6.2.4 急速冷却试样至低于转变温度 50 $^{\circ}\text{C}$ 以下。

6.2.5 恒温 10 min。

6.2.6 重复 6.2.2 操作, 得图 3 所示的 DSC 曲线。

6.2.7 计算校正过的 T_g 、 T_g 、 T_i 温度 (见图 3)。



T_e —外推起始温度, $^{\circ}\text{C}$; T_g —玻璃化转变温度, $^{\circ}\text{C}$; T_i —外推终止温度, $^{\circ}\text{C}$

注

- 1 玻璃化转变过程只引起 DSC 曲线的基线发生位移, 而不呈现峰。
- 2 通常将基线位移的中点(位移高度 h 之半)所对应的温度视作玻璃化转变温度 T_g 。

图 3 玻璃化转变过程 DSC 曲线示意图

7 精确度

7.1 精密度: 每份试样平行测定两次, 其一级热转变温度和玻璃化转变温度的允许差应分别小于 1.5°C 和 2.5°C 。

7.2 准确度: 同一试样在不同型号仪器上按相同条件测定二次, 其一级热转变温度和玻璃化转变温度的允许差应分别小于 2.0°C 和 4.0°C 。

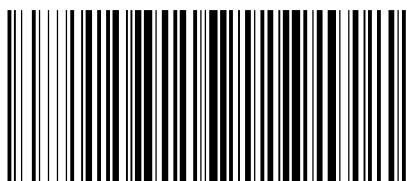
8 结果的表述

当两次测定值之差不大于允许差时, 报出平均值。所得结果表示至 1 位小数。

9 试验报告

试验报告应包括如下内容:

- a) 试样名称、来源、生产厂商、批号及日期的描述;
- b) 试验所用的仪器及试样质量;
- c) 升温与降温速率;
- d) 惰性载气的种类、纯度及流量;
- e) 熔融与结晶过程和玻璃化转变过程的 DSC 曲线和相应温度参数(T_e 、 T_p 、 T_c 、 T_g)。



GB/T 17594-1998

版权专有 不得翻印

*

书号: 155066 · 1-15651

定价: 8.00 元

*

标目 371—40